

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-325584

(43)Date of publication of application : 10.12.1996

(51)Int.Cl.

C10M103/00
C10M173/02
// (C10M103/00
C10M103:02
C10M103:06)
C10N 10:02
C10N 10:04
C10N 10:06
C10N 20:06
C10N 30:08
C10N 30:14
C10N 40:24

(21)Application number : 08-131787

(71)Applicant : TIMCAL LTD

(22)Date of filing : 27.05.1996

(72)Inventor : PERIARD JACQUES

(30)Priority

Priority number : 95 1581 Priority date : 30.05.1995 Priority country : CH

(54) LUBRICANT COMPOSITION FOR PREVENTING CARBURIZATION IN PRODUCTION OF SEAMLESS PIPE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the title composition which can prevent carburization in the inner surface of a tubular blank of a seamless pipe and is useful as a mandrel lubricant by mixing graphite with a smectic clay mineral and a specified silicon compound in a specified ratio.

SOLUTION: This composition comprises (A) 50-85 wt.% graphite (for example, synthetic graphite having a mean particle diameter of 1-10 μm), (B) 2-12 wt.% smectic clay mineral (for example, montmorillonite having a mean particle diameter d50 of 1-10 μm), and (C) 25-45 wt.% (C1) a silica sol (for example, colloidal silicic acid SiO_2 having a mean particle diameter of 6-30 nm) or (C2) potassium aluminum silicate (for example, mica having a mean particle diameter of 5-10 μm).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-325584

(43) 公開日 平成8年(1996)12月10日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 103/00			C 1 0 M 103/00	
173/02			173/02	
// (C 1 0 M 103/00				
103: 02				
103: 06)				

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平8-131787	(71) 出願人	596064178 ティムカル リミテッド スイス国 カントン・テッシン ボディオ (番地なし)
(22) 出願日	平成8年(1996)5月27日	(72) 発明者	ジャック ベリアール スイス国 カントン・アールガウ ジンス キューファーマットシュトラッセ 5
(31) 優先権主張番号	1 5 8 1 / 9 5 - 5	(74) 代理人	弁理士 須賀 総夫
(32) 優先日	1995年5月30日		
(33) 優先権主張国	スイス (CH)		

(54) 【発明の名称】 継目無し鋼管の製造における炭化物の形成を防止した潤滑剤組成物

(57) 【要約】

【課題】 継目無し鋼管の製造において、被加工材の表面における炭化物の生成を効果的に防止する潤滑剤を提供する。

【解決手段】 特定量の黒鉛、粘土鉱物、および、シリカゾルまたはケイ酸カリウム・アルミニウムを配合した潤滑剤組成物。 この潤滑剤組成物は、水性ディスパージョンとして圧延マンドレルに適用する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 継目無し鋼管の製造における炭化物の形成を防止した潤滑剤組成物であって、

- a) 50重量%から85重量%までの黒鉛
- b) 2重量%から12重量%までの、スメクタイト類からえらんだ粘土鉱物の1種または2種以上
- c1) 5重量%から45重量%までのシリカゾル、または
- c2) 25重量%から45重量%までのケイ酸カリウム・アルミニウムからなる潤滑剤組成物。

【請求項 2】 平均粒子サイズが $1\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ までの合成黒鉛を使用することを特徴とする請求項 1 の潤滑剤組成物。

【請求項 3】 スメクタイト類の粘土鉱物として、平均粒子サイズ d_{50} が $1\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ までのモンモリロナイトを使用することを特徴とする請求項 1 または 2 の潤滑剤組成物。

【請求項 4】 シリカゾルとして、コロイダルケイ酸 SiO_2 の平均径が 6nm から 30nm のものをを使用することを特徴とする請求項 1 ないし 3 のいずれかの潤滑剤組成物。

【請求項 5】 ケイ酸カリウム・アルミニウムとして、平均粒子サイズが $5\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ のマイカ類を使用することを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれかの潤滑剤組成物。

【請求項 6】 50重量%から85重量%までの黒鉛、2重量%から5重量%までのスメクタイト類からえらんだ粘土鉱物の1種または2種以上、および5重量%から45重量%までのシリカゾルからなる請求項 1 ないし 4 のいずれかの潤滑剤組成物。

【請求項 7】 固体分含有量が20重量%から35重量%までの水性ディスページョンの形態である請求項 6 の潤滑剤組成物。

【請求項 8】 50重量%から75重量%までの黒鉛、2重量%から12重量%までの、スメクタイト類からえらんだ粘土鉱物の1種または2種以上、および20重量%から45重量%までのケイ酸カリウム・アルミニウムからなる請求項 1 ないし 3 および請求項 5 のいずれかの潤滑剤組成物。

【請求項 9】 固体分含有量が25重量%から35重量%までの水性ディスページョンの形態である請求項 8 の潤滑剤組成物。

【請求項 10】 継目無し鋼管の製造において、圧延マンドレルを、圧延操作に先立って請求項 1 ないし 9 のいずれかに記載の潤滑剤組成物で処理しておくことを特徴とする、炭化物の生成を防止する方法。

【請求項 11】 継目無し鋼管の製造において、請求項 1 ないし 9 のいずれかの潤滑剤組成物をマンドレル潤滑剤として使用すること。

【発明の詳細な説明】

【0001】本発明は、継目無し鋼管の管状ブランクの

内側表面における炭化物の生成を防止するに適した、新規な潤滑剤組成物に関する。

【0002】最新の管圧延装置たとえば連続圧延装置(MPM装置)において、継目無し鋼管は、予備成形された管状ブランクを、 1200°C から 1300°C の温度で、マンドレルバーにとりつけたマンドレル上で圧延し成形することによって製造されている。

【0003】雰囲気中の酸素または潤滑剤の影響の下で、高温の管状ブランクの表面において、さまざまな化学反応が起る。 そのようにして、既知のスケール(鉄炭化物)が雰囲気中の酸素により形成し、それらスケールは、もし除去しなければ、鋼管の内壁面を損うに至る。 スケール形成が効果的に抑制され、管状ブランクが雰囲気中の酸素と接触しないような圧延プロセスにおいては、加炭すなわち炭化物形成の現象が起ることが見出された。 反応相互の関係はまだ完全には説明されていないが、このプロセスにおいては、鉄炭化物が管状ブランクの高温の鋼の表面に生成し、この鉄炭化物は、その硬さゆえに、圧延操作において管の内壁に損傷(かき傷)を与える結果を招く。

【0004】本発明の目的は、従って、炭化物の生成を効果的に防止するに適した潤滑剤組成物を提供することにある。

【0005】この目的は、請求項 1 に記載の潤滑剤組成物によって達成される。

【0006】本発明の潤滑剤組成物は、

- a) 50重量%から85重量%までの黒鉛
- b) 2重量%から12重量%までの、スメクタイト類からえらんだ粘土鉱物の1種または2種以上
- c1) 5重量%から45重量%までのシリカゾル、または
- c2) 25重量%から45重量%までのケイ酸カリウム・アルミニウムからなる潤滑剤組成物である。

【0007】適切な黒鉛は、きわめて微細に分割された合成黒鉛であって、平均粒子サイズ d_{50} が $1\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ のものである。 粒子サイズの上限は、 $8\mu\text{m}$ から $50\mu\text{m}$ であることが好都合である。 好適に使用される黒鉛は、99.9%以上の高純度であって、結晶性が $L_c \geq 60\text{nm}$ のものである。

【0008】とくに好ましくは、スイス国ボデオのティムカル社(Timcal Ltd.)から入手できる、微細に分割された「KS」タイプの黒鉛、たとえばKS6、KS10またはKS15を使用する。

【0009】スメクタイト類から選ばれる粘土鉱物は、本質的に板状シリケートからなり、その構造に由来して、高いカチオン交換容量および高い水中膨潤性をもって特徴づけられるものである。(ウルマン『工業化学辞典』第4版、VCH、ヴァインハイム。 第23巻p. 311ff) スメクタイト類の中では、モンモリロナイトが好適に使用される。 とくに、膨潤能(1gのモンモリロナイトを蒸留水で膨潤させたとき)が $10 \sim 50$

のものである。一次粒子サイズ（完全な分散状態で）もまた重要であって、平均粒子サイズ d_{50} が $1\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ のスメクタイトが好都合に使用できる。

【0010】「シリカゾル」の語は、水中における平均粒子サイズ d_{50} が 6nm から 30nm である SiO_2 粒子のコロイダルな溶液を意味する。このゾルの固体分含有量は、好適には30重量%から40重量%である。このシリカゾルは、 Na_2O 含有量が0.15%から0.4%であって、BET法による比表面積がおおよそ $200\text{m}^2/\text{g}$ から $300\text{m}^2/\text{g}$ のものが好ましい。

【0011】「ケイ酸カリウム・アルミニウム」の名称は、板状または葉状のケイ酸塩であって、鉱物名が「マイカ」と呼ばれるものを包含する。ムコスパイト型のマイカが好適に使用される。微細に分割されていることが、ここでも重要であって、マイカは、平均粒子サイズ d_{50} が $5\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ であるものが好都合に使用できる。

【0012】本発明の潤滑剤組成物は、適用法により、または需要者の都合に合わせたやり方で、2種の基本的な処方に従って調製することができる。すなわち、すぐ使用できるディスパージョンの形であってもよいし、需要者自身がディスパージョンにするための粉末の形であってもよい。

【0013】すぐ使用するのに適したディスパージョンの形の潤滑剤組成物は、下記の成分からなる：50重量%から85重量%までの黒鉛、2重量%から5重量%までの、スメクタイト類の粘土鉱物の1種または2種以上、および5重量%から45重量%までのシリカゾル。

【0014】この潤滑剤組成物は、高い剪断力を加えることのできる常用の分散装置内で水と処理して、固形分含有量が20%から35%の水性ディスパージョンとすることが有利である。

【0015】理想的には、このディスパージョンの粘度（「レオマト（Rheomat）」15、システムB、20℃、速度5）は、1000MPasから4000MPasの範囲である。

【0016】需要者自身が分散させて使用するのに適した粉末状の潤滑剤組成物は、下記の成分からなる：50重量%から75重量%までの黒鉛、2重量%から12重量%までの、スメクタイト類の粘度鉱物からえらんだ1種または2種以上、および20重量%から45重量%までのケイ酸カリウム・アルミニウム。

【0017】この潤滑剤組成物は、固形分含有量が好ましくは25重量%から35重量%までの水性ディスパージョンの形で使用する。このディスパージョンは、高い剪断力を加えることのできる常用の分散装置を使用して調製することができる。

【0018】理想的には、このディスパージョンの粘度（「レオマト（Rheomat）」15、システムB、20℃、速度5）は、1500MPasから4000MPasの範囲

である。

【0019】市販の泡立ち発止剤たとえばポリアルキレングリコールを、上記潤滑剤組成物に対して、約1%までの量、添加することができる。

【0020】本発明の潤滑剤組成物は、圧延操作の過程で、分散系のスプレーに適切なスプレー装置を使用して、ローラーマンドレルに適用する。水分が蒸発し、潤滑剤のフィルムが形成され、それが圧延操作により管状ブランクの内壁に拡がり、このようにして炭化物の形成が効果的に抑制される。

【0021】

【実施例】粘度の測定は、「レオマト（Rheomat）」15を使用し、システムBにより、20℃において速度5の条件で行なった。

【0022】〔処方例1〕（ディスパージョン）

82.11重量%の黒鉛（黒鉛「KS6」スイス国ボデオのティムカル社。粒子サイズ d_{50} が $3.3\mu\text{m}$ 、純度99.9%、 $L_c \geq 60\text{nm}$ ）

12.46重量%のシリカゾル（「レヴァシル（Levasil）」300/30%、バイエル社。粒子サイズ d_{50} が7~8nm、 Na_2O 含有量0.35%、比表面積 $300\text{m}^2/\text{g}$ ）

4.94重量%のスメクタイト（「ベントン（Bentonite）EW」、クロノス・チタン社。モンモリロナイト、粒子サイズ d_{50} が $2.5\mu\text{m}$ ）

0.49重量%の泡立ち抑制剤（「デハイドラン（Dehydram）」1922、ヘンケル社）

ディスパージョンの固体分含有量：30%

粘度：1800MPas

摩擦係数：100℃（マンドレル）および1050℃（管状ブランク）=0.079。

【0023】〔処方例2〕（ディスパージョン）

54.03重量%の黒鉛（黒鉛「KS6」、ティムカル社）

42.38重量%のシリカゾル（「レヴァシル300/30%」、バイエル社）

3.25重量%のスメクタイト（「ベネトンEW」、クロノス・チタン社）

0.34重量%の泡立ち抑制剤（「デハイドラン1922」、ヘンケル社）

ディスパージョンの固形分含有量：28.3%

粘度：2800MPas

摩擦係数：100℃/1050℃=0.091。

【0024】〔処方例3〕（ディスパージョン）

60.00重量%の黒鉛（黒鉛「KS6」、ティムカル社）

36.00重量%のシリカゾル（「レヴァシル300/30%」、バイエル社）

3.65重量%のスメクタイト（「ベネトンEW」、クロノス・チタン社）

10

20

30

40

50

0.35重量%の泡立ち抑制剤（「デハイドラン1922」、ヘンケル社）

ディスパージョンの固形分含有量：31.2%

粘度：3400MPas

摩擦係数：100℃/1050℃=0.093。

【0025】〔処方例4〕（粉末）

51.90重量%の黒鉛（黒鉛「KS6」、ティムカル社）

39.70重量%のケイ酸カリウム・アルミニウム（「マイカG」、アスパンガー（Aspanger）社。粒子サイズ $d_{50}=7\mu\text{m}$ ）

8.00重量%のスメクタイト（「ベイナイトMB300S」、フォードミン（Fordamin）社。粒子サイズ $d_{50}=6.5\mu\text{m}$ ）

0.40重量%の泡立ち抑制剤（「デハイドロン1922」、ヘンケル社）

この粉末は、調製後、水中に分散させた。

【0026】ディスパージョンの固形分含有量：30%

粘度：3900MPas

摩擦係数：100℃/1050℃=0.089。

【0027】〔処方例5〕（粉末）

67.60重量%の黒鉛（黒鉛「KS6」、ティムカル社）

20.00重量%のケイ酸カリウム・アルミニウム（「マイカG」、アスパンガー社）

12.00重量%のスメクタイト（「ベイナイトMB300S」、フォードミン社）

0.40重量%の泡立ち抑制剤（「デハイドラン1922」、ヘンケル社）

この粉末も、調製後、水中に分散させた。

*【0028】ディスパージョンの固形分含有量：25%

粘度：1500MPas

摩擦係数：100℃/1050℃=0.085。

【0029】〔比較処方例〕（ドイツ特許No.2450716に従う）

20重量%の黒鉛

9.5重量%の酢酸ビニルを主体とするポリマー混合物
1重量%のポリサッカライド

69.5重量%の水

ディスパージョンの固形分含有量：30%

粘度：1500~3000MPas

摩擦係数：100℃/1050℃=0.09。

【0030】〔試験〕処方例1~5および比較処方例の潤滑剤を、個々に、金属塊の表面に設けた溝の中に適用した。この溝は、寸法が20mm×2mm×2mmのものである。処理された金属をアルゴン雰囲気下に3時間、80℃で乾燥したのち加熱して、90秒間に1250℃まで昇温させ、この温度に30秒間保持した後、冷却するにまかせた。円板の形をした厚さ約5mmのサンプルをこの塊から切り出し、エポキシ樹脂に封入して、2%ナイトール（メタノール性硝酸）で処理した。

【0031】各サンプルを、続いて顕微鏡観察した。

その結果はつぎのとおりである：

処 方	炭化物 (mm)
1	0
2	0
3	0
4	0
5	0
*30 比較例	0.5~0.8

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

C10N 10:02
10:04
10:06
20:06
30:08
30:14
40:24

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所